

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-343135

(43)Date of publication of application : 29.11.2002

(51)Int.Cl.

H01B 5/00

B22F 1/00

B22F 9/08

H01B 1/22

H01B 13/00

(21)Application number : 2001-144413

(71)Applicant : MITSUI MINING & SMELTING CO
LTD

(22)Date of filing : 15.05.2001

(72)Inventor : NAKAHARA KUNIAKI
SHIMAMURA HIROYUKI
ASAOKA HIDEO(54) COPPER POWDER FOR ELECTRIC CONDUCTIVE PASTE AND ELECTRIC CONDUCTIVE
PASTE, AND MANUFACTURING METHOD OF COPPER POWDER FOR CONDUCTIVE PASTE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide copper powder with which an electric conductive paste having very extremely low viscosity can be manufactured, the electric conductive paste having low viscosity using this copper powder, and a method by which such copper powder can be manufactured effectively.

SOLUTION: It is the copper powder for the electric conductive paste for electronic materials whose oxygen content is 1,000 ppm or less and particle shapes are smooth and mostly globular forms. Here, since it is water and a hydroxyl group that affect greatly on the inside of oxygen on the surfaces of copper powder and viscosity, and it is desirable that these contents are still less, this copper powder is desirable to have reduction quantity value (against weight of copper powder), which is resulting from generating water molecules when heated to 600° C by the heat mass-differential thermal analysis, of 0.15 weight % or less. In addition, in order to manufacture the copper powder having low oxygen content, and minute and smooth particles, the high-pressure-water atomizing method in predetermined conditions is applicable.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of
rejection][Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

This Page Blank (uspto)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2002-343135
(P2002-343135A)

(43) 公開日 平成14年11月29日 (2002.11.29)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テームト [*] (参考)
H 0 1 B 5/00		H 0 1 B 5/00	F 4 K 0 1 7
B 2 2 F 1/00		B 2 2 F 1/00	L 4 K 0 1 8
		9/08	A 5 G 3 0 1
H 0 1 B 1/22		H 0 1 B 1/22	A 5 G 3 0 7
13/00	5 0 1	13/00	5 0 1 Z
審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 8 頁)			

(21) 出願番号 特願2001-144413 (P2001-144413)

(22) 出願日 平成13年5月15日 (2001.5.15)

(71) 出願人 000006183

三井金属鉱業株式会社
東京都品川区大崎1丁目11番1号

(72) 発明者 中原 邦朗

岐阜県吉城郡神岡町大字鹿間1-1 神岡
鉱業株式会社金属粉工場内

(72) 発明者 島村 宏之

東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金
属鉱業株式会社機能粉事業部内

(74) 代理人 100111774

弁理士 田中 大輔

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 導電ペースト用の銅粉及び導電性ペースト並びに導電ペースト用銅粉の製造方法

(57) 【要約】

【解決課題】 極めて粘性の低い導電ペーストを製造することが可能な銅粉及びこの銅粉を用いた粘性が低い導電ペースト及びかかる銅粉を効率的に製造可能な方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 本発明は、粒子形状が平滑且つ略球形で、酸素含有量が1000ppm以下である電子材料用導電ペースト用の銅粉である。ここで、銅粉表面の酸素内、粘性に大きく影響を与えるのは水、水酸基であることから、これらの含有量は更に低いことが好ましいことから本発明に係る銅粉は、熱質量-示差熱分析により600℃まで加熱したときの水分子の発生に起因する減量値

(対銅粉重量)が0.15重量%以下であることが望ましい。尚、本発明に係る酸素含有量が低く、微細且つ平滑な銅粉を製造するためには、所定条件の高圧水アトマイズ法が適用できる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】粒子形状が平滑且つ略球形で、酸素含有量が1000ppm以下である電子材料用導電ペースト用の銅粉。

【請求項2】熱質量-示差熱分析により600℃まで加熱したときの水分子の発生に起因する減量値（対銅粉重量）が0.15重量%以下である請求項1記載の電子材料用導電ペースト用の銅粉。

【請求項3】請求項1又は請求項2記載の銅粉と樹脂とを混合してなる電子材料用導電ペースト。

【請求項4】電子材料用導電ペーストの原料となる銅粉末の製造方法であって、銅を溶融させて流下し、この銅の流れに頂角20～25°の逆円錐形状の水ジェット流を流量300～1000l/min、水圧80～100MPaで噴射する導電ペースト用銅粉の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、電子材料用導電ペーストの原料となる銅粉であって、ペーストとしたときに低粘度とすることができるものに関する。更に、このような銅粉を効率的に製造することができる方法に関する。また、この銅粉を用いた導電ペーストに関する。

【0002】

【従来の技術】従来、電子部品、印刷配線板等の配線導体として使用されている導電ペーストとしては、導電性を考慮して銀ペーストが適用されることが多かったが、これらは高温多湿の雰囲気下での通電時にマイグレーション（銀の電析）が生じ配線間のショートが生じたりすることがある。そこで、このマイグレーションの生じ難い銅ペーストの使用が近年検討されている。銅ペーストは、マイグレーションが生じ難いことに加え、耐はんだ性に優れることから電気回路の接続信頼性を向上させることができ、更に銀ペーストに比べてコスト的にも有利である。

【0003】銅ペーストは、粒径数 μm の微小な銅粉末に適宜に樹脂を配合してなるものであるが、この銅粉の製造方法として一般に利用されているのが湿式還元法である。湿式還元法に置けるプロセスの1例としては、銅溶液を酸化銅及び水酸化銅懸濁溶液とし、この酸化銅及び水酸化銅を亜酸化銅へ1次還元し、更に亜酸化銅を金属銅へ2次還元させることにより銅粉を製造するものがある。この湿式還元法が一般に使用されているのは、銅粉の製造方法としては、機械的粉碎法、蒸発蒸着法等が知られているが、湿式還元法は微細粒径の銅粉の製造が比較的簡単であり、導電ペースト用途に適するからである。

【0004】ところで、導電ペーストには十分な導電性を有することが求められるが、導電性を確保するためにはペースト中の銅粉の充填率を高くする必要がある。し

かし、銅粉の充填率が増すとペーストの粘性が高くなる。導電ペーストを用いた回路基板の配線にはスクリーン印刷が適用されるが、粘性の高い導電ペーストは、取り扱い性が悪化するだけではなく、配線パターンを正確に形成できない。この導電ペーストの粘度は、銅粉の充填率に加えて、混合する樹脂の粘度、銅粉の粒径等に影響されることから、樹脂粘度の低減、銅粉粒径の制御を図ることでペースト粘度を改善することはできるが、充填率が高くなればこれらのみでは十分な粘性の改良を望むことができない。

【0005】かかる粘性の問題に対する解決策として、銅粉の表面状態を調整するものがある。これは、湿式還元法により製造される銅粉の表面には凹凸や角張った部分があり、この凹凸等を除去し表面を平滑化することでペーストとしたときの粘性を低下させるものである。特開平2000-268630号公報では、湿式還元法により製造された銅粉について、例えば流動ミキサーのような装置により製造された銅粉同士を機械的に衝突させることにより、銅粉表面を平滑化できることが開示されている。そして、このような表面を平滑化した銅粉を樹脂に分散させたペーストは従来のものより著しく粘性が低いことが報告されている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】このような銅粉表面の表面平滑化はペーストの粘性低減に確かに効果的ではある。しかしながら、かかる表面平滑化処理を行なった銅粉によっても十分な粘性の低下が望めないことがある。特に、近年要求されるレベルを十分満足させるものとはいい難い。

【0007】近年の電子部品の小型化に伴い、それに用いられる電子基板の配線パターンもより微細となっている。そして、微細な配線パターンを形成するためには従来以上に粘性の低いペーストが切望されており、それを構成する銅粉についても粒径、表面形状に加えた新たな指針が必要であると考えられる。

【0008】また、上記した表面平滑化処理を伴う銅粉製造方法は、一度製造した銅粉に更に処理を行なうことは工程数を増加させることとなり、必ずしも効率的な製造方法とはいいい難い。また、かかる工程数の多い製造方法に用いられる銅粉製造装置に対しては、装置数の増加、ひいては銅粉の製造コストの上昇を招くこととなる。

【0009】本発明は以上のような背景の下になされたものであり、極めて粘性の低い導電ペーストを製造することが可能な銅粉及びこの銅粉を用いた粘性が低い導電ペーストを提供することを目的としている。更に、かかる銅粉を効率的に製造可能な方法をも提供することを目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、ペースト

の粘性低下に対してこれまで効果的であったとされる表面の平滑化を行なうと共に、これに加えて銅粉中の酸素含有量に着目した。本発明者等によれば、銅粉表面に酸素原子、特に水酸基（OH-）が過剰に存在すると、該酸素（又は水酸基）と樹脂との反応性が高まり、常温であってもペーストの硬化が進行しやすくなる。即ち、銅粉表面の酸素量が多い銅粉は、ペーストとしたときに粘度が高くなるのである。そして、本発明者等は酸素含有量について鋭意検討を行なったところ、酸素含有量が所定量以下となる銅粉を適用することで所望の粘性を有する導電ペーストを製造できることを見出した。

【0011】即ち、本願発明は、粒子形状が平滑且つ略球形で、酸素含有量が1000ppm以下である電子材料用導電ペースト用の銅粉である。

【0012】上記した通り、銅粉表面が凹凸や角張った部位のない平滑な面であることによりペーストとしたときに低い粘性を示すこととなる。本発明ではこれに加えて、粒子形状を球形とし、酸素含有量を低減することにより樹脂との反応による粘性の上昇を抑制するものである。粒子形状が球形であると樹脂中で銅粉が流動する際の抵抗が低くなる。そして、上記のように銅粉表面の酸素は樹脂としたときの粘性に影響を与えるものである。従って、粒子形状を制御し、酸素量を低減するという2つの作用により本発明に係る銅粉は導電ペーストとしたときの粘性を更に低下させるものである。

【0013】また、このように酸素含有量を低減した本発明に係る銅粉は、抵抗値等の電気特性にも優れるものである。従って、本発明に係る銅粉により製造される導電ペーストは、導電性確保のため充填率を高めても、粘性が低いだけでなくこれに加えて優れた電気的特性を有する。

【0014】このように、本発明によれば、酸素含有量を所定値以下とすることで、導電ペーストとしたときの粘性を大幅に低下させることができるが、上述したように、銅粉に含有される酸素の形態のうち、特に粘性に影響を与えるものとしては、粒子表面の水酸基、即ち水である。従って、本発明に係る銅粉については、これら水、水酸基が低いことが好ましく、このことを明らかにするためには水、水酸基の量と粘性との関係を明確とす必要がある。しかし、上述した酸素含有量から推察されるように水、水酸基の量は極微量である上、水はともかく水酸基というイオンの量を定量化するのは容易ではない。本発明者等は、表面に存在する水、水酸基の定量化の手法及びその手法により得られる値とペースト粘度との関係を明確にすべく検討を行ったところ、水及び水酸基の量を包括的に把握する手段としては、銅粉について熱質量-示差熱分析を行い600℃まで加熱したときに測定される質量減のうち、水の発生に起因する質量減を分離・同定することが適正であるとした。そして、この水発生に起因する質量減と粘性との関連を検討したと

ころ、この減量値を0.15重量%以下（銅粉重量に対する減少率）とすることで粘性の低い銅粉とすることができるとした。かかる範囲にすることにより、導電ペーストの粘度を従来の銅粉を用いたペーストよりも低減することができる。尚、銅粉加熱時に生じる質量減の全体から、水発生に起因する質量減を分離する方法としては、加熱時に発生するガスを質量分析等の分析手段で分析することで可能である。

【0015】本発明に係る銅粉を導電ペーストとするためには、各種樹脂と銅粉とを混合し、銅粉を分散させることにより製造できる。ここで、導電ペーストには、プラスチック基板に用いられる樹脂硬化型導電ペースト

（硬化温度150～200℃）とセラミック、アルミナ基板に用いられるサーメット型導電ペースト（焼成温度500～600℃）がある。本発明に係る銅粉はいずれのペーストにも適用可能であり、樹脂硬化型ペーストとするためには、種々の熱可塑性樹脂（熱可塑アクリル樹脂、アルキッド樹脂、塩化ビニル樹脂等）、熱硬化性樹脂（尿素樹脂、メラミン樹脂、フェノール樹脂等）、光硬化性樹脂、電子線硬化性樹脂を混合させる。また、サーメット型導電ペーストとするためには、例えば、上記検査用樹脂として用いられるα-タービーネオールと45cPエチルセルロースとの混合樹脂にガラスフリットを混合させることでサーメット型導電ペーストとすることができるが、その他にもサーメット型導電ペースト用の公知の樹脂も用いることができる。

【0016】次に本発明に係る銅粉の製造方法について説明する。本発明に係る銅粉は、粒子形状が略球形であることと、酸素含有量が低減されていることの2つの特徴を同時に具備するものであり、更に粒径が微細であることも望ましい。かかる特徴を有する粉体を製造する方法としては湿式還元法、気相還元法が考えられるが、湿式還元法は既に述べたように銅粉表面の平滑性を確保できない。また、気相還元法は制御が困難で均一な粒径の銅粉を製造できないからである。

【0017】そこで、本発明者等は、アトマイズ法に着目すると共に、その条件を改良することにより球形状、低酸素含有量、微細な粒径を有する銅粉を製造可能であることを見出した。

【0018】アトマイズ法とは、熔融金属流に高圧のガス又は水を粉碎媒体として噴射して金属流を粉碎、冷却凝固させて金属粉末を製造する方法である。このアトマイズ法は比較的簡便な方法である。本発明者等が銅粉製造において改良を行ったのは、一般的なアトマイズ法では、形状、粒径、酸素含有量の全てを制御して銅粉を製造することができないからである。この点について詳細に説明すると、まず、粉碎媒体にガスを適用するガスアトマイズでは、球形状を呈しており、また、不活性ガスをを用いることで酸素含有量の低い銅粉を製造することができるが、粒径が比較的粗く、ペースト用銅粉として所

望のものを製造することはできない。これはガスアトマイズ法では溶融した銅の冷却速度が低いことによる。

【0019】これに対し、水アトマイズ法は、冷却速度を高くすることができ、粒径については微小なものが製造できるものの、粒形状は不定形で表面に凹凸の多い粉体が製造されることが多い。また、溶融金属の冷却時に発生する水蒸気が粉体中に巻き込まれるため、酸素含有量が比較的高い粉体が製造される。

【0020】このようにアトマイズ法は本発明に係る銅粉のような球形で微細且つ酸素含有量が低い銅粉を製造するのに対応できないように見えるが、本発明者等はアトマイズにおける条件について詳細な検討をした結果、水アトマイズ法において、溶融銅に噴射する水ジェットに関する条件、特にその水圧を検討し、一般的な水アトマイズ法における水圧よりも高くすることで、酸素含有量が低く、微細且つ平滑な粉体を製造することができることを見出した。

【0021】即ち、本願発明に係る銅粉製造方法は、電子材料用導電ペーストの原料となる銅粉末の製造方法であって、銅を溶融させて流下し、この銅の流れに頂角 $20 \sim 25^\circ$ の逆円錐形状の水ジェット流を流量 $300 \sim 1000 \text{ l/min}$ 、水圧 $80 \sim 100 \text{ MPa}$ で噴射するものである。

【0022】本発明に係る銅粉製造方法では、溶融金属の冷却速度の高い水アトマイズ法により粒径の微細な銅粉とすると共に、その水圧を高めることにより酸素含有量を低減させている。通常、水アトマイズ法では、溶融金属流を中心に流し、水ジェットをその周囲から逆円錐形状となるよう噴射し、又は、溶融金属流に帯状の水ジェットを対向させたV字形状となるように噴射して、この水ジェットの収束する点（線）で溶融金属を粉碎している。かかる状態において水ジェットの水圧を上げることによって水ジェットが収束する部位（金属の粉碎する部位）では、水ジェットの流れ方向に強力なエジェクター効果が生じ、溶融銅が固体へと冷却される過程で生じる水蒸気が水ジェット中に引き込まれる。このため冷却時に銅粉と水蒸気との接触が抑制され酸化されることがなく酸素含有量の低い銅粉が製造されることとなる。

【0023】本発明によれば、従来銅粉については製造不可能とされる球形で微細且つ酸素含有量が低い銅粉を製造することが可能となる。また、アトマイズの1工程で製造することができる。従って、本発明により製造させる銅粉は製造後直ちにペースト原料として適用することができ、湿式還元法のように銅粉製造後に更に処理を行なう必要がない。

【0024】以下、本発明の工程につきより詳細に説明する。本発明の基本的な工程は一般的なアトマイズ法と同様である。即ち、銅を溶解しこの溶融銅を容器（タンディッシュ）から流下して溶融銅の流れを形成し、この溶融銅の流れに水ジェットを噴射するものである。この

溶湯銅の温度は銅の溶融温度（約 1083°C ）に対して $150 \sim 300^\circ\text{C}$ 高温とするのが好ましい。この温度が低すぎると溶湯の粘度が高すぎてスムーズに流れができないからであり、高すぎると銅の酸化が生じ粉末の品質が低下するからである。また、タンディッシュから溶湯を流下する際には、その底部にノズルを設けこのノズルより溶湯を流下させるのが一般的であるが、このノズル径は $5 \sim 6 \text{ mm}$ とするのが好ましい。この径以下であると溶湯の流量の調節が困難となると共に溶湯のつまりが生じるおそれがあるからである。また、ノズル径が大きすぎると微細な粒系の粉末を製造するのが困難となるからである。尚、この溶湯流量は $10 \sim 30 \text{ kg/min}$ とするのが好ましい。

【0025】そして、本発明においては、噴射する水ジェットの条件が重要となるが、その水圧を $80 \sim 100 \text{ MPa}$ とするのは、 80 MPa 以下では銅粉の粒径を微細化することができなくなるからである。一方、この水圧は 80 MPa 以上であれば粒径の微細化、表面の平滑化が可能となるが 100 MPa 以上の高压で噴射させる装置は大掛かりとなり現実的ではないからである。また、水圧を上記範囲とすることに加え、水流量を $300 \sim 1000 \text{ l/min}$ の範囲としたのは、 300 l/min 以下であると発生水蒸気の巻き上げが生じ、銅粉の酸化が促進され酸素含有量が大きくなるからである一方、 1000 l/min 以上では粉末の過冷却が生じると共に装置的にも困難であるからである。

【0026】また、これに加えて噴射する水ジェット流の形状としては、逆円錐形状とするのが好ましく、更に、その頂角が $20 \sim 25^\circ$ となるようにするのが好ましい。 20° 以下では銅粉の粒径が粗大となるからであり、 25° 以上では噴霧水の吹上が生じるからである。

【0027】

【発明の実施の形態】以下、本発明の好適な実施形態を比較例と共に説明する。

【0028】本実施形態に係る銅粉の製造工程を図1を参照しつつ説明する。タンディッシュ1中で溶解温度 1300°C に保持した溶解銅2をタンディッシュ1底部の口径 5 mm のノズル3より自然流下させた（溶湯流量： 30 kg/min ）。そして、この溶湯4に水ジェット5を噴射して銅粉6を製造した。水ジェット5の生成は、口径 2.6 mm のフルコーン型ノズル7を用い、噴射孔8より水を噴射して水流形状を逆円錐形状とした。このときの水ジェットの噴射条件は、水圧 100 MPa 、水量 350 l/min とした。この場合の水ジェット流の流速は 400 m/sec となっている。尚、ノズル7の口径については、上記溶湯流量に限らず、 $10 \sim 30 \text{ mm}$ とするのが好ましい。十分な流量確保とメタルの付着によるつまりを防止するためである。

【0029】以上の方法により製造された銅粉末をマイクロトラック法により平均粒径を測定したところ、平均

粒径 $2.57\mu\text{m}$ であった。また、この銅粉を走査型電子顕微鏡 (SEM) にて観察した際の SEM 像を図 2 に示す。図 2 からわかるように、本実施形態で製造した銅粉は略球形状であり、表面には凹凸や角張った部分のないスムーズな状態であることが確認された。尚、この銅粉について、タップ密度、比表面積を測定したところ、タップ密度 $4.80\text{g}/\text{cm}^3$ 、比表面積 $0.46\text{m}^2/\text{g}$ であった。

【0030】次に、本実施形態に係る銅粉について酸素含有量及び水、水酸基の量を測定した。酸素含有量の測定は、酸素・窒素分析装置 (堀場製作所製 EMGA-550FA) にて行った。この分析は、銅粉 0.75g を黒鉛るつぼに入れ、るつぼ内をヘリウム雰囲気にした上でるつぼを通電加熱し、この際銅粉の溶解に伴い発生する一酸化炭素ガス (銅粉中の酸素の燃焼により生じる) の赤外吸収を測定するものである。この分析の結果、本実施形態に係る銅粉の酸素含有量は 850ppm であった。

【0031】一方、水分吸着量の測定は、熱質量一示差熱分析 (TG-DTA) 及び質量分析 (MS) により行なった。この分析は、TG-DTA により一定の昇温速度で加熱して銅粉の全質量減を求めると共に、質量減の際に発生するガス中の組成 (分子量) を MS により求めることでガス中の水を特定するものである。この際の測定装置、測定条件は以下の通りである。

【0032】・熱質量一示差熱分析 (TG-DTA)

測定装置：リガク製 サーマプラス

資料重量： 100mg

昇温速度： $100^\circ\text{C}/\text{min}$

加熱雰囲気：ヘリウム雰囲気

・質量分析 (MS)

測定装置：島津製作所製 QP5050A

【0033】この分析の結果、本実施形態で製造した銅粉の場合、熱質量一示差熱分析により測定された全体の質量減は $0.15\text{重量}\%$ の質量減が生じていた。この際発生したガスの質量分析を同時に行なったところ、図 3 に示すようなプロファイルが得られた。図 3 からわかるように、銅粉加熱時に発生するガスは、窒素、一酸化炭素、二酸化炭素、水からなる。そして、この質量分析のプロファイルから水に起因する質量減を求めた。この水に起因する質量減の算定は次のようにして行なった。まず、各分子のプロファイルについて強度積分値を求め (これにより加熱により生じた水等の各分子の分子数が算出される)、各分子の強度積分値とその分子量を乗じることによって加熱により発生した質量を計算する。そして、計算された質量から各分子の比率を求め、全体の質量減に対する水の質量減を算出することができる。この方法により算定された本実施形態における水に起因する質量減は、 $0.05\text{重量}\%$ であった。

【0034】そして更に、この銅粉と樹脂と混合してベ

ーストを製造し、その粘度を測定した。このとき使用した樹脂は、実際の製品 (電子部品の配線に現実に使用されている導電ペースト) に使用されるものではなく、検査用樹脂であるが、この検査用樹脂を使用するのは、銅粉の評価を簡易に行なうためである。このとき使用した樹脂は α -タービーネオールと 45cP エチルセルロースとの混合樹脂 (混合比 $93:7$ (重量比)) を用い、この樹脂を $10\text{重量}\%$ 、銅粉充填率 $90\text{重量}\%$ として両者を混合した。ペーストの粘度測定は、E 型粘度計を用い回転数 0.1rpm として測定を行なった。その結果、ペーストの粘度は $825\text{Pa}\cdot\text{s}$ であった。

【0035】比較例 1：本実施形態の水ジェット噴射条件を一般的な水アトマイズ法と同様の水圧として粉末の製造を行なった。熔融銅 2 の熔融温度を 1250°C とし、水ジェット 5 の水圧を 65MPa 、水量 $115\text{l}/\text{min}$ (流速 $200\text{m}/\text{s}$)、頂角 20° として熔融銅をアトマイズした。尚、タンディッシュのノズル 4 も口径は 3.5mm とし溶湯 5 の流量は $15\text{kg}/\text{min}$ とした。

【0036】得られた銅粉末を窒素雰囲気下で篩分級を行なったところ、分級後の平均粒径は $6.9\mu\text{m}$ であった。この分級後の銅粉は球状化が不十分であるので、ピンミルで球状化処理を行なった。球状化処理は 1 回を 30 分間として数回繰り返して行なった。そして、球状化処理後の銅粉につき窒素雰囲気下で分級処理を行い平均粒径を $3.3\mu\text{m}$ とし、この銅粉についてタップ密度、比表面積を測定したところ、タップ密度 $3.87\text{g}/\text{cm}^3$ 、比表面積 $0.5\text{m}^2/\text{g}$ であった。また、酸素含有量を測定したところ 3000ppm であった。そして、第 1 実施形態と同様の方法、条件にて水に起因する質量減を測定したところ、この比較例 1 の水に起因する質量減は、 $0.28\text{重量}\%$ であった。

【0037】そして、この銅粉についてその粘度を測定した。混合した樹脂は上記実施形態と同じものを用い、混合比も同様とした。この比較例 1 に係る導電ペーストの粘度は $1845\text{Pa}\cdot\text{s}$ であった。

【0038】比較例 2：この比較例では、従来の湿式還元法にて銅粉を製造した。硫酸銅水溶液と苛性ソーダ水溶液とを混合し、水酸化銅を析出させた。この際の混合比は、銅 1 モルに対し苛性ソーダ 1.25 モルの比率とした。そして、この水酸化銅が懸濁した懸濁液に 1 次還元剤としてブドウ糖液を等量以上添加し、その後 30 分かけて液温を 70°C まで昇温させた後、15 分間放置しこれにより懸濁液中の水酸化銅を亜酸化銅に一次還元させた。以上の操作は全て窒素雰囲気下で行なった。次に、この溶液に空気をバブリングさせて亜酸化銅を酸化処理後、窒素雰囲気下で 2 日間静置させた後に上澄液を除去して沈殿物 (酸化銅) を採取した。そして、この沈殿物に純水を加えて懸濁液とし、これに 2 次還元剤として抱水ヒドラジン等を等量以上添加して酸化銅を金属銅に還

元させた。この反応液を分離し固形分を120℃の窒素雰囲気中で乾燥させてケーキとした。得られたケーキは解砕機（衝撃式粉碎機）で凝集したケーキを解砕して粉末とし、更にこの粉末について平滑化処理を行なった。

【0039】平滑化処理は筒型高速攪拌機にて行なった。この筒型高速攪拌機は、円筒容器とその底部に設けられた2枚の回転羽根とからなるミキサーであり、粉末を容器に装填し回転羽根を回転させることで遠心力で粉末を円筒底部から上部へと流動させ、その過程で粉末同士を衝突させてその表面を平滑とするものである。

【0040】平滑化処理後の銅粉をマイクロトラック法により平均粒径を測定したところ、平均粒径2.60μmであった。

【0041】尚、この銅粉について、タップ密度、比表面積を測定したところ、タップ密度4.80g/c

m³、比表面積0.63m²/gであった。更に、酸素含有量を測定したところ3000ppmであった。そして、第1実施形態と同様の方法、条件にて水に起因する質量減を測定したところ、この比較例2の水に起因する質量減は、0.18重量%であった。

【0042】更に、この銅粉についてその粘度を測定した。混合した樹脂は上記実施形態、比較例1と同じものを用い、混合比も同様とした。この比較例2に係る導電ペーストの粘度は1300Pa・secであった。

【0043】比較例1及び比較例2で測定された熱質量ー示差熱分析の加熱時の質量分析結果を図4に示す。また、本実施形態及び比較例1、2の銅粉及びペーストの各物性値の測定結果を表1に示す。

【0044】

【表1】

	平均粒径 (μm)	比表面積 (m ² /g)	タップ 密度 (g/cm ³)	酸素 含有量 (ppm)	水発生による 質量減 (重量%)	ペースト 粘度 (Pa・sec)
本実施形態	2.57	0.46	4.80	850	0.05	825
比較例1	3.30	0.50	3.87	3000	0.28	1845
比較例2	2.60	0.63	4.80	3000	0.18	1300

【0045】表1から、比較例1、2に係る銅粉は酸素含有量が本実施形態のものより高くなっている。また、図4からこれら比較例に係る銅粉では水のピークが本実施形態よりも明確に現れており、水発生による質量減も大きくなっており、水、水酸基の吸着量が高いことがわかる。そして、以上の相違点により、本実施形態に係る銅粉は、その粘度が最も低くなっている。

【0046】更に、比較例の記載からわかるように、比較例1、2の銅粉の製造工程は本実施形態よりも工程数が多い。従って、本実施形態は銅粉の製造効率に関しても優れているといえる。

【0047】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、微細な粒径を有し、表面が平滑な銅粉を効率的に製造することができる。そして、本発明により製造された銅粉を用いることで、導電ペーストの粘度を従来のものより低減できる。更に、本発明により製造された銅粉は酸素含

有量も低く電気的特性にも優れている。

【図面の簡単な説明】

【図1】本実施形態における水アトマイズ法による銅粉製造工程を示す概念図。

【図2】本実施形態で製造した銅粉末のSEM像。

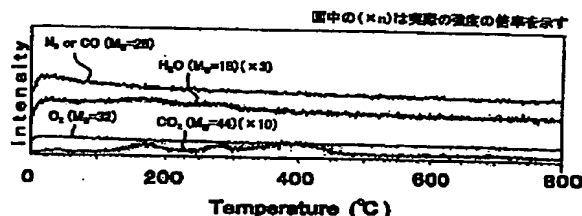
【図3】本実施形態に係る銅粉の質量分析結果。

【図4】比較例1及び比較例2に係る銅粉の質量分析結果。

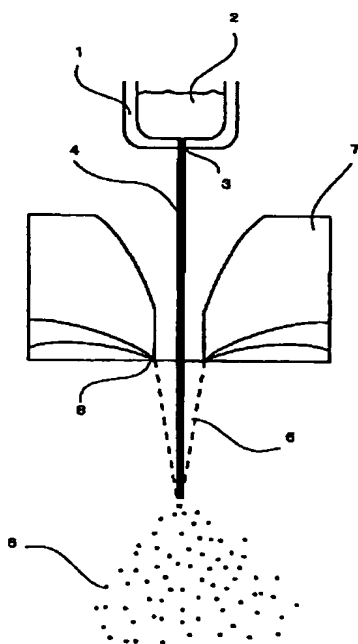
【符号の説明】

- 1 タンディッシュ
- 2 溶解銅
- 3 ノズル
- 4 溶湯
- 5 水ジェット
- 6 銅粉
- 7 フルコーン型ノズル
- 8 噴射孔

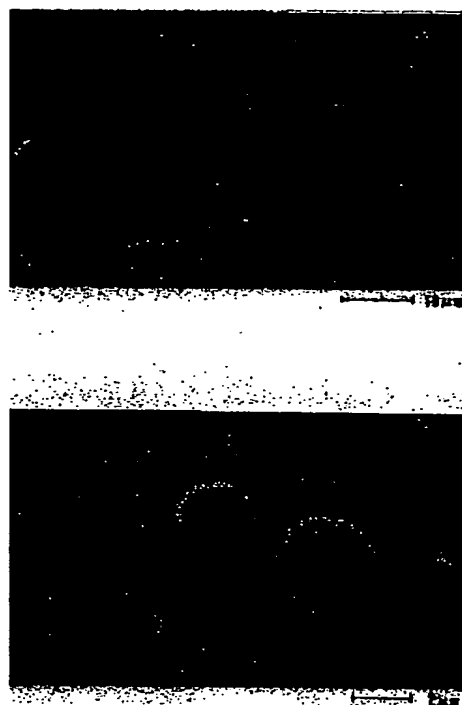
【図3】



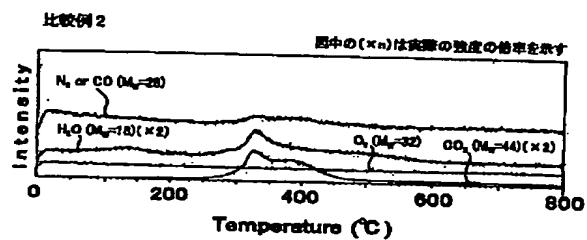
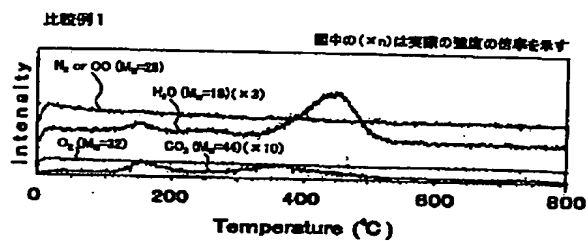
【図1】



【図2】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 朝岡 日出夫
東京都品川区大崎1丁目11番1号 三井金
属鉱業株式会社機能粉事業部内

Fターム(参考) 4K017 AA03 BA05 CA01 DA01 EB09
FA10 FA11 FA17
4K018 BA02 BB01 BB10 BC06 BD04
5G301 DA06 DD01 DE03
5G307 AA08

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

This Page Blank (uspto)